

MANUFACTURE OF ALLOY POWDER FOR RARE EARTH METAL-TRANSITION METAL TARGET AND MANUFACTURE OF RARE EARTH METAL-TRANSITION METAL TARGET

Publication number: JP1242733 (A)

Publication date: 1989-09-27

Inventor(s): MATSUMOTO SHUNICHIRO; INUI TSUTOMU; KAZUYASU MUTSUO

Applicant(s): HITACHI METALS LTD

Classification:


- international: *B22F9/08; C22C1/04; C22C33/02; C23C14/34; B22F9/08; C22C1/04; C22C33/02; C23C14/34; (IPC1-7): B22F9/08; C22C1/04; C22C33/02; C23C14/34*

- European:

Application number: JP19880068830 19880323

Priority number(s): JP19880068830 19880323

Also published as:

 JP2597380 (B2)

Abstract of JP 1242733 (A)

PURPOSE: To reduce the oxygen content in a target or the like in the manufacture of subjecting the mixture of rapidly solidified alloy powder and rare earth metal to pressure sintering under a nonoxidizing atmosphere in the specific temp. by specifying the oxygen content in the above alloy material.

CONSTITUTION: The mixture of each alloy powder constituted of rare earth metal and transition metal in the compositional range where eutectic structure is revealed and subjected to rapid solidifying treatment and transition metal powder less than the objective compsn. of the target is prepd. The mixture is subjected to pressure sintering in a vacuum or under the atmosphere of an inert gas in the temp. range less than the liquid-phase revealing temp. of the mixture.; In the manufacture of the rare earth metal-transition metal target, the oxygen content of the molten material in the alloy to be subjected to rapid solidifying treatment is regulated to ≤ 500 ppm. By this method, the oxygen content in the target can regulatively be reduced, and, as the result, the magnetic anisotropy of a sputter film can be relieved.

Data supplied from the *esp@cenet* database — Worldwide

⑫ 公開特許公報(A)

平1-242733

⑬ Int. Cl.⁴

C 22 C 1/04
B 22 F 9/08
C 22 C 33/02
C 23 C 14/34

識別記号

庁内整理番号

E-7619-4K
A-6675-4K
B-7619-4K
8520-4K

⑭ 公開 平成1年(1989)9月27日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法および希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法

⑯ 特 願 昭63-68830

⑰ 出 願 昭63(1988)3月23日

⑱ 発 明 者 松 本 俊 一 郎 島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内
⑱ 発 明 者 乾 勉 島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内
⑱ 発 明 者 一 安 六 夫 島根県安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内
⑲ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

明 細 書

発明の名称

希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法および希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法

特許請求の範囲

- 1 共晶組織を発現する組成範囲内にある希土類金属と遷移金属とからなり急冷凝固処理された合金粉末と、ターゲット目標組成に対し不足分の遷移金属粉末との混合物を、真空または不活性ガス雰囲気下で該混合物の液相発現温度未満の温度域で加圧焼結する希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法において、急冷凝固処理に供される合金の溶解原料を酸溶含有量500ppm以下の希土類金属-遷移金属共晶合金を主体とすることを特徴とする希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法。
- 2 共晶組織を発現する組成範囲内にある希土類金属と遷移金属とからなり急冷凝固処理された合金粉末と、ターゲット目標組成に対し不足分の遷移金属粉末との混合物を、真空または不活性ガス

雰囲気下で該混合物の液相発現温度未満の温度域で加圧焼結する希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法において、急冷凝固処理に供される合金の溶解原料を酸溶電解法により得られた希土類金属-遷移金属共晶合金を主体とすることを特徴とする希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法。

3 共晶組織を発現する組成範囲内にある希土類金属と遷移金属からなる合金溶湯を急冷凝固処理する希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法において、急冷凝固処理に供される合金の溶解原料を酸溶含有量500ppm以下の希土類金属-遷移金属共晶合金を主体とすることを特徴とする希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法。

4 共晶組織を発現する組成範囲内にある希土類金属と遷移金属からなる合金溶湯を急冷凝固処理する希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法において、急冷凝固処理に供される合金の溶解原料を酸溶電解法により得られた希土

類金属-遷移金属共晶合金を主体とすることを特徴とする希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法。

発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、光磁気記録媒体として用いられる希土類金属-遷移金属ターゲット用合金粉末の製造方法および希土類金属-遷移金属ターゲットの製造方法に関する。

〔従来の技術〕

最近、ガラスあるいは樹脂基板上にスパッタリング法を用いて所望組成の希土類金属-遷移金属系の薄膜を形成し、これを記録媒体として用いた置き換え可能で高密度記録が可能な光磁気ディスクの開発が行なわれている。

このスパッタリングに用いられるターゲットの製造方法としては、従来以下のようなものが提案されていた。

(1) 所望組成の希土類金属-遷移金属合金を真空中または不活性ガス雰囲気中で溶解した後、同

な金属間化合物を形成するため、鍛造などの組織均質化プロセスがとりにくい。このため、鍛造時に生じた果などの欠陥を除去することが不可能である。

(c) 材質的に脆いため、ターゲット形状に加工する際、チッピングや割れを生じやすく機械加工が非常に困難である。またボンディング時およびスパッタ時の熱応力でターゲットが割れてしまう。

(d) 本製造方法によるターゲットをスパッタして作成した薄膜の組成は、ターゲット組成から7-10at%近く遷移金属富側にずれを生じ、薄膜組成の制御が難しい。

などの問題点がある。

前記(2)の製造方法でターゲットを作成した場合、均質なターゲットは製造可能であるが粉末の構成粒子自体が脆い金属間化合物より成るため前記(1)のプロセスで製造したターゲットと同様の問題点がある。

前記(3)の製造方法で作成した場合、

(a) 希土類金属は酸素との親和力が強いので、

じく真空中あるいは不活性ガス中で所定の形状に鍛造してターゲットを製造する方法(日経ニューマテリアル 1986年11月24日号 P61)。

(2) 所望組成の合金を真空中または、不活性ガス雰囲気中で、溶解、鍛造してインゴットを作成し、このインゴットを粉砕して得られた粉末を加圧焼結する方法(特開昭61-91336号)。

(3) 希土類金属粉末と遷移金属粉末を所望組成に混合し、この混合粉末を液相発現温度未満の温度範囲で加圧焼結する方法(特開昭61-99640号)。

(4) 目標成分よりも遷移金属量が少ない遷移金属-希土類金属粉末を溶解・粉砕法により製造し、前記合金粉末と遷移金属粉末とを所望組成に混合した後、成形し、焼結する方法(特開昭60-230903号)。

しかしながら、前記(1)の製造方法でターゲットを作成した場合、

(a) 鍛造時に添加元素の偏析が生じやすく均質なターゲットを得にくい。

(b) 希土類金属-遷移金属系合金は非常に脆性

粉末作成時、粉体の取扱い時および加圧焼結時に希土類金属が酸化し、低酸素の成形体を得られない場合がある。このような成形体をスパッタリング用ターゲットとして使用した場合、ターゲット中の含有酸素が薄膜の内部にとり込まれて、希土類金属を選択的に酸化するため薄膜の磁気特性、特に保磁力Hcが大きく変動する。

(b) スパッタリングの初期において、遷移金属相より希土類金属相の部分が優先的にスパッタされ、その後遷移金属相および希土類金属相のスパッタリング速度が平衡に達するという挙動を示す。このため薄膜の組成が安定するまでに長時間のブリスパッタを行なう必要があり、ターゲットの使用効率が悪い。

という問題点がある。

前記(4)の製造方法、具体的には(4)の公開特許公報で実施例として開示されている、遷移金属-希土類金属系の合金粉末に1-10重量%程度の遷移金属を所望組成になるよう混合し、前記混合粉末を圧粉成形し、次いで焼結を行なった場合、

(a) 薄膜組成が安定するまでのプリスパッタに要する時間は前記(3)の製造方法によるターゲットと比較して短時間となるが、ターゲット組成と薄膜組成間のずれが大きく、また薄膜面内で組成変化量も大きい。

(b) 混合粉を圧粉成形後、不活性ガス中または、真空中で、焼結するだけでは、成形体の密度ががらず、ターゲット中に空孔が残存した状態となり、これがスパッタリング時の異常放電の原因となること。

(c) 機械加工の点から見ると、前記(1)、(2)の製造方法によるターゲットと比較して改善されているが、材料中に含有している希土類金属は全て遷移金属との金属間化合物として存在するため、旋盤などで機械加工する際、割れやチッピングを生じやすい。

などの問題点がある。

以上説明した従来技術の問題点を解決しようとしたターゲットとして特開昭62-70550号に、希土類金属とFe、Co、Niの一種以上(鉄族金属と記す)

との金属間化合物と、鉄族金属単体とが焼結によって結合した微細な混合組織を有するターゲットが開示されている。

すなわち、希土類金属粉末と鉄族金属粉末とを所望組成に混合し、次いで液相発現温度未満の温度で加圧焼結し希土類金属と鉄族金属からなる成形体を形成し、その後液相発現温度以上の温度で成形体を短時間加熱することにより成形体中の希土類金属を金属間化合物に変換し、上記組織のターゲットを得るものである。

このターゲットによると、金属間化合物に変換された希土類金属は、単体の場合よりもスパッタリング速度が低下して鉄族金属単体のスパッタリング速度に近づき、この結果従来から提起されていた薄膜組成の不安定という問題が解決され、かつターゲット中に存在している鉄族金属によって、加工性が十分に保証される強度をも具備することが可能である。

しかるに本発明者の検討によると、特開昭62-70550号に開示された技術においても以下の問題

点を有し、より一層の改善が望まれるところである。

すなわち、

(a) 第10回日本応用磁気学会誌 学術講演概要集(1986,P128-P129)によれば、ターゲットと薄膜間の組成ずれは、希土類金属、遷移金属、希土類金属-遷移金属金属間化合物の量比を適正に制御することで改善可能なことが報告されている。

しかるに特開昭62-70550号のように熱処理によって組織制御する方法では、

i) 鉄族金属単体周辺の金属間化合物層が異常成長する、

ii) 特開昭62-70550号公報の第6図のCによると鉄族金属単体相、金属間化合物相の他に、希土類金属の α 相と希土類金属-鉄族金属金属間化合物相とからなる共晶合金相が存在しているが、この共晶合金相内の希土類金属の α 相と希土類金属-鉄族金属金属間化合物の晶出量および形状を制御することが非常に困難である、

iii) 組織にムラを生じやすい、

などの欠点がある。したがって、上記のターゲットを用いてスパッタリングを行なった場合、

i) スパッタ時間が長時間になると膜組成や特性が変動する、

ii) ターゲット組成が全く同じものでも、熱処理のロットが異なれば膜組成、特性が異なる。いわゆるロット間のばらつきが大きいという問題点がある。

(b) 機械的強度の面からすると、鉄族金属周辺に存在する脆弱な希土類金属-鉄族金属金属間化合物を破く必要があるが、前述のように異常成長により層厚が厚くなり好ましくない。

(c) 希土類金属粉末と鉄族金属粉末の混合物を焼結したターゲットは、酸素含有量がもともと高くなりやすい上、熱処理を行なうので最終製品は高酸素になり易く、薄膜特性に悪影響を及ぼす。

(d) 熱処理温度から室温まで冷却する際、成形体にそりや曲がりが発生し易い。

(発明が解決しようとする課題)

本発明者等は、以上の問題点を解決する手段と

して、ガスアトマイズ法等の急冷凝固処理によって得られた希土類金属の α 相と金属間化合物相とが均一かつ微細に品出した希土類金属-遷移金属合金粉末と遷移金属粉末との混合物を液相発現温度未満で加圧焼結する手法を先に提案している。

該手法により得られたターゲットは、希土類金属の α 相および該希土類金属と遷移金属との金属間化合物とが均一微細に分散した共品合金層と遷移金属単体相とが金属間化合物を主体とする固相接合層により結合した組織を有し、ターゲットと母材との組成ずれの低減、長時間スパッタにおける薄膜組成の安定化を達成した。

ところで、希土類金属-遷移金属ターゲットによりスパッタリングして得られる薄膜を考慮した場合、ターゲット中に含まれる酸素量を低く抑える必要がある。

すなわち、光磁気記録媒体では垂直磁化膜であることが必要条件となるが、ターゲット中に含まれる酸素量が多い場合には安定した垂直磁化膜を得ることができず、いわゆる面内磁化膜に近い挙

るが、例えば市販の高純度Tbの含有酸素量が800~1200ppmであること、原料が完全に溶解する温度が高く溶解時間が長時間となることから、急冷凝固処理して得られた粉末の酸素含有量を低く制限することが難しい。

これに対し、本発明のように希土類金属-遷移金属共品合金を溶解原料の主体とすれば、

① たとえば熔融塩電解法によれば、酸素含有量100~500ppmという低酸素の希土類金属-遷移金属共品合金の製造が可能である。

② 原料が完全に溶解する温度が、純希土類金属、純遷移金属を混合した場合に比べ低下するため、溶解時間の短縮化が可能となり、酸素含有量の抑制に寄与する。

したがって、最終的にターゲットとした場合にも低酸素化が可能となる。

なお、本発明においては溶解原料を希土類金属-遷移金属共品合金のみとする場合の他、上記の趣旨に反しない範囲で若干量の純希土類金属又は純遷移金属を添加せしめて良い。希土類金属-遷

動を示すことがある。

本発明は以上の事実に基づき、低酸素含有量の希土類金属-遷移金属ターゲット等の製造方法を提供せんとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者等は種々検討した結果、希土類金属-遷移金属系共品合金を溶解原料の主体とし、次いでガスアトマイズ法等の急冷凝固処理を施して得られた希土類金属の α 相と金属間化合物相とが均一かつ微細に品出した希土類金属-遷移金属合金粉末と遷移金属との混合物を真空または不活性ガス雰囲気下において前記混合物の液相発現温度未満で加圧焼結することにより前記課題を解決するに至った。

以下本発明を詳述する。

本発明の特徴は、急冷凝固処理に先立つ溶解用の原料として希土類金属-遷移金属共品合金を主体とする点である。

すなわち、溶解原料としては純希土類金属、純遷移金属を所定量秤量して用いることも可能であ

るが、希土類金属-遷移金属共品合金の組成を、所望するターゲット組成に合致させるために添加が必要となる場合がある。

以上の原料を用い溶解した後急冷凝固処理が実施される。この急冷凝固処理により粉末レベルで希土類金属の α 相と金属間化合物との均一、微細化を達成する。したがって、組成面からみれば、希土類金属と遷移金属との組成が共品組織を発現する組成範囲内にある必要がある。

急冷凝固処理の手法としては、合金溶湯から製造する不活性ガスアトマイズ法、真空アトマイズ法、回転ロール法等、および合金溶湯から一旦電極を作製し、この電極を用いる回転電極法等が適用できる。水冷ロール法、回転電極法等においても合金の酸化防止のために雰囲気は真空、あるいは不活性ガス雰囲気とする必要がある。

また希土類金属-遷移金属合金粉末は、純希土類金属粉と比較して格段に耐酸化性に優れているため、ターゲット中の含有酸素量を希土類金属粉末と遷移金属粉末の混合物を焼結したものと比較

して500-1000ppm以上も減らすことが可能である。

原料粉末の平均粒径は1 μ m以下であることが望ましい。これは、平均粒径が1 μ mを越えると成形体中に不均一を生じ、これをターゲットして用いた場合、得られる薄膜の組成が部分的に不均一となるからである。

以上の原料粉末を混合した後、真空または不活性ガス雰囲気下において液相発現温度未満の温度で加圧焼結を行なう。

加圧焼結の温度を液相発現温度未満とするのは、液相発現温度以上の温度にすると、遷移金属相と希土類金属-遷移金属共晶合金相との間の接合層が異常に成長し、成形体の機械的強度が低下すること、および希土類金属-遷移金属からなる共晶合金相に晶出している希土類金属の α 相が遷移金属と反応し晶出してしまうことによる。望ましくは液相発現温度未満の温度から(液相発現温度未満-100 $^{\circ}$ C)の範囲内、更に望ましくは液相発現温度未満の温度から(液相発現温度未満-30 $^{\circ}$ C)の範囲内である。なお液相発現温度の一例を上げると、

Tb-Feの場合840 $^{\circ}$ C、Tb-Fe-Coの場合、695 $^{\circ}$ C、Tb-Gd-Feの場合630 $^{\circ}$ Cである。

加圧焼結の手法としては、熱間静水圧プレス(HIP)、ホットプレス、熱間バック圧延、熱間バック鍛造等を適用できる。具体的な条件としては熱間静水圧プレスの場合、液相発現温度未満から(液相発現温度未満-30 $^{\circ}$ C)の範囲内かつ不活性ガス圧1000-1500気圧で、2-3時間保持すると、遷移金属単体相と希土類金属-遷移金属共晶合金相との間の拡散接合層の厚さを、10-30 μ m以内に抑えることが可能で、成形体の密度も97%以上に達する。

ホットプレスの場合、密度95%以上の成形体を得ようとする場合、加熱温度を液相発現温度未満から(液相発現温度未満-30 $^{\circ}$ C)以内、成形圧力150kg/cm²以上で2時間程度保持することが望ましい。

熱間バック圧延、熱間バック鍛造の場合は、加熱温度はHIPと同様で良いが、1パスごとの圧下率を10%以内にして加工する必要がある。

以上の製造方法によりターゲット中の酸素含有

量を低く規制することが可能となる。

なお、以下本発明により得られたターゲットの組織についてTb-Fe系を例として説明しておく。

本発明によるターゲットの組織の第1の特徴はにTb-Fe共晶合金相が、極めて均一かつ微細に分散したFe、Tb晶出相と α -Tb晶出相とから構成されていることである。これは、アトマイズ法等の急冷凝固処理によって得られた α -Tb晶出相とFe、Tb晶出相とが均一微細に晶出した組織の粉末を原料として用い、この組織を保持すべく液相発現温度未満で加圧焼結していることによる。

本発明ターゲットは、以上のような均一微細な組織を有しているため、ターゲットとそれをスパッタリングした薄膜の組成ずれを極めて小さくし、さらにスパッタリングに先立って行なわれるプリスパッタリングの時間を短縮することができる。

第10回日本応用磁気学会誌 学術講演概要集(1986,P128)によれば、複合ターゲット、すなわち希土類金属単体と遷移金属単体より構成されるタ

ーゲットをスパッタした場合、希土類金属より遷移金属が側方にスパッタされ易く、その結果、薄膜組成は遷移金属質になる。反対に金属間化合物より構成されるターゲットの場合は、遷移金属より希土類金属が側方にスパッタされ易いため、薄膜組成が遷移金属質になると報告されている。これに対し本発明によれば、前述のように希土類金属の α 相と希土類金属-遷移金属金属間化合物からなる共晶合金相、さらに固相接合相および遷移金属単体相が均一、かつ微細に分散するため、希土類金属スパッタ粒子と遷移金属スパッタ粒子の放出方向の異方性が緩和され、この結果組成ずれが小さくなるものと思われる。

プリスパッタ時間が短縮される理由としては、

(1) 特開昭62-70550号に述べられているような遷移金属と希土類金属の間のスパッタリング速度の差と比較して、遷移金属と希土類金属-遷移金属金属間化合物の間のスパッタリング速度の差の方が小さい、

(2) 急冷処理により希土類金属-遷移金属合金

粉末を作成するため、希土類金属の α 相と金属間化合物相が均一かつ微細に分散している、つまり希土類金属相は細かく分断された形で品出しているため、微視的に見ると希土類金属のスパッタ速度は変わらないにもかかわらず、希土類金属の α 相のスパッタリング速度が金属間化合物相のスパッタリング速度と等しくなるような効果が得られる。

ことにあるものと考えられる。

本発明ターゲットの組織の第2の特徴は、希土類金属と遷移金属との金属間化合物を主体とする拡散接合層が極めて薄いことである。

これは、接合層が液相発現温度未満の加圧焼結による固相拡散接合層によるものだからである。

このように拡散接合層が薄く、組織にむらを生ずることがないために、スパッタ時間が長時間となっても安定した薄膜特性を得ることができ、かつ機械的強度を劣化させることがないのである。

このような組織を有し、かつ酸素含有量を低減せしめることにより、ターゲットと薄膜との組成

ずれの低減、長時間スパッタにおける薄膜組成の安定化を達成し、更に良好な垂直磁気異方性を示すスパッタ膜が得られるようになる。

本発明において、希土類金属には従来から公知のTb、Gd、Dy、Nd、Sm、Ho、Tm等の1種または2種以上を用いることができる。その含有量は15at%未満および45at%を越えると光磁気記録媒体としての機能を有する薄膜を得ることが困難になるので、15-45at%とする必要がある。

一方、遷移金属についても従来から用いられているFe、CoおよびNiの1種または2種以上を適用することができる。

以上より本発明における金属間化合物とは、たとえばFe、Tbのみならず、FeCoTb等のように異種の遷移金属と希土類金属との化合物を含む概念であることは言うまでもない。

[実施例]

第1表に実施例に用いた希土類金属-遷移金属合金原料および遷移金属の組成および含有酸素量と前記原料を用いて作成したガスアトマイズ粉の

第1表

| | 試料 | 原 料 (at%) | 酸素量 (ppm) | 粉 末 組 成 (at%) | 平均酸素量 (ppm) |
|-------------|----|--------------------------|--------------------|------------------|----------------|
| 本 発 明 | 1 | 50Tb-Fe | 100 | 50Tb-Fe | 900 |
| | 2 | 50Tb-Fe Tb | 100 1000 | 58Tb-Fe | 1200 |
| | 3 | 60Tb-Fe Fe | 120 20 | 58Tb-Fe | 1000 |
| | 4 | 70Tb-Fe Fe | 150 20 | 58Tb-Fe | 1200 |
| | 5 | 80Tb-Fe Fe | 200 20 | 58Tb-Fe | 1180 |
| | 6 | 90Tb-Fe Fe | 300 20 | 58Tb-Fe | 1350 |
| | 7 | 90Tb-Fe | 300 | 90Tb-Fe | 1500 |
| | 8 | 70Dy-Fe Fe | 120 20 | 58Dy-Fe | 1200 |
| | 9 | 47Dy-23Nd-Fe Fe | 300 20 | 38.8Dy-19Nd-Fe | 1500 |
| | 10 | 70Dy-Fe 70Nd-Fe Fe | 120 400 20 | 38Dy-19Nd-Fe | 1600 |
| 比 較 例 | 11 | Tb Fe | 1100 20 | 58Tb-Fe | 2500 |
| | 12 | Dy Nd Fe | 1100 2300 20 | 38Dy-19Nd-Fe | 2800 |

組成と含有酸素量を示す。次に本発明の粉末の製造方法について述べる。本発明では、熔融塩電解法で製造した低酸素希土類金属-遷移金属合金(酸素量100-300ppm)に対し、目標組成になるよう希土類金属または遷移金属を加えて、底部に溶剤噴射用ノズルの付いたルツボに装入した。そして、前記ルツボをガスアトマイズ装置内に設置した後装置内を 10^{-2} - 10^{-4} torr台まで真空に引き、高周波誘導で加熱を行なってルツボ内のアトマイズ原料を溶解した。原料が完全に溶解した段階で、溶剤にArガスで圧力を印加すると同時に噴射用ノズルの弁を開いてガスアトマイズを行なった。

上記の方法で作成した希土類金属-遷移金属合金粉末の平均酸素量は、希土類金属単体、遷移金属単体を原料として用いた場合に比して1000ppm以上も低下できることが判明した。第1表に示した希土類金属-遷移金属合金粉末を使用して製造したターゲット材の含有酸素量を第2表に示す。

第 2 表

| | 試料 | 配 合 組 成 (at%) | 成形体の含有酸濃量 (ppm) |
|-----|----|---------------------|--------------------|
| 本発明 | 1 | 25Tb-65Fe-Co | 750 |
| | 2 | " | 870 |
| | 3 | " | 860 |
| | 4 | " | 1030 |
| | 5 | " | 1000 |
| | 6 | " | 1200 |
| | 7 | " | 1320 |
| | 8 | 25Dy-65Fe-Co | 980 |
| | 9 | 26.6Dy-13Nd-46Fe-Co | 1440 |
| | 10 | 26Dy-13Nd-46Fe-Co | 1480 |
| 比較例 | 11 | 25Tb-65Fe-Co | 2100 |
| | 12 | 26Dy-13Nd-46Fe-Co | 2300 |

した試料4(本発明)を用いて成膜した薄膜のTb量および磁気異方性定数Kuとスパッタ時間の関係、第2図に試料11(比較例)を用いた場合の薄膜中のTb量およびKuとスパッタ時間の関係を示す。

本発明、比較例の両試料とも薄膜中のTb量は約26at%を示しており、スパッタリング時間が長時間になっても安定していることがわかる。しかし、磁気異方性定数Kuの挙動は、本発明が積算スパッタ時間4hr以降安定し、 $Ku=1.25J/m^2$ の良好な垂直磁気異方性を示すのに対し、比較例では全く不安定であり、Kuが著しく低下して面内磁化膜に近い挙動を示すことがわかった。

〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明によればターゲットの酸濃含有量を低く規制することができ、その結果スパッタ膜の磁気異方性が良好なものとなり、工業上非常に有益である。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明により得られたターゲットを

粉末の焼結には、熱間静水圧プレス(HIP)を用いた。焼結温度は液相出現温度より20℃低く設定し、圧力1200気圧で加圧焼結した。

第2表より本発明の希土類金属-遷移金属合金粉末を使用して製造したターゲット材の含有酸濃量は1500ppm以下と低酸濃であるのに対し、比較例では2000ppm以上と高酸濃になることがわかる。

次に本発明および比較例の粉末を用いて製造した焼結体をターゲットとしてスパッタリングを行ない、薄膜評価を行なった。

評価では、いずれのターゲットも高周波電源を有するマグネトロンタイプのスパッタ装置を用いて、0.15mmの板厚を有するコーニング社製の7059ガラス上に成膜を行なった。成膜条件は、高周波電力2.54W/cm²、Arガス圧 5×10^{-4} torr、ターゲットとガラス基板間の距離は70mmで、成膜時にはガラス基板を回転せず、ターゲットとガラス基板を対向させてある。作成した薄膜は、トルクメータで磁気異方性定数Ku(J/m²)を測定した後、

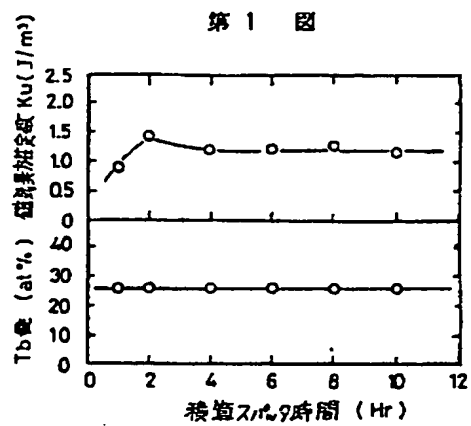
E P M Aで組成を分析した。第1図に第2表に示

スパッタリングした際の積算スパッタ時間と薄膜中のTb量および磁気異方性定数との関係を示すグラフ、第2図は比較例により得られたターゲットをスパッタリングした際の積算スパッタ時間と薄膜中のTb量および磁気異方性定数との関係を示すグラフである。

出願人 日立金属株式会社



第 1 図



第 2 図

